



ABSTRACT / ZUSAMMENFASSUNG / ABREGE

03021931.5

Disclosed is a purification apparatus and method. The purification apparatus includes: a mobile phase distillation part (1) for distilling a mobile phase (80); a mobile phase liquefaction part (2) for liquefying the distilled mobile phase (80); and a purification part (3) disposed between the mobile phase distillation part (1) and the mobile phase liquefaction part (2), for mixing the mobile phase liquefied at the mobile liquefaction part with to-be-purified material, removing impurities from the mixture through a bonded phase (50), and sending the impurity-removed purified material to the mobile phase distillation part (1).



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
11 DE 36 14 556 A1

21 Aktenzeichen: P 36 14 556.4
22 Anmeldetag: 29. 4. 86
43 Offenlegungstag: 5. 11. 87

51 Int. Cl. 4:
B01D 5/00

B 01 D 1/30
B 01 D 53/00
B 01 D 59/00
A 62 D 3/00
G 21 F 9/08
// B01J 20/00

DE 3614556 A1

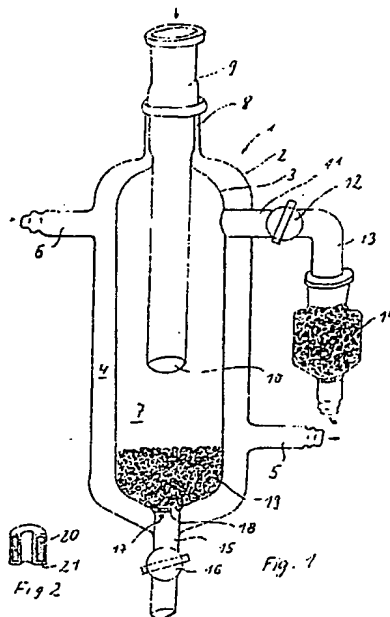
Notar

71 Anmelder:
Miethke, Herbert, 5090 Leverkusen, DE

72 Erfinder:
Bock, Wilfried, 5600 Wuppertal, DE

54 Destillationskühler für Labor und Technikum zum Kondensieren gefährliche Schadstoffe enthaltender Flüssigkeiten und Verwendung des Destillationskühlers bei der Abdestillation von Lösungsmitteln radioaktiver Substanzen

Beim Destillieren gefährlicher, insbesondere radioaktiver Schadstoffe enthaltender Flüssigkeiten in Labor und Technikum lassen sich diese Schadstoffe in einem Destillationskühler abscheiden, welcher im unteren Bereich des Gefäßinnenraumes (7) oberhalb eines absperrbaren Ablaufstutzens (15) ein entsprechendes Absorptionsmittel (21) enthaltendes Filterbett (19) aufweist.



DE 3614556 A1

1. Destillationskühler für Labor und Technikum zum Kondensieren gefährliche Schadstoffe enthaltender Flüssigkeiten, insbesondere Lösungsmittel, **gekennzeichnet durch** ein stehendes, längliches, doppelwandiges Gefäß (1), wobei die Doppelwandung (2, 3) einen mit Zulauf (5) und Ablauf (6) versehenen Kühlraum (4) einschließt; durch ein in den oberen Bereich des Gefäßinnenraumes (7) hineinragendes Brüdenzuführrohr (9); einen oberhalb der Mündung (10) des Brüdenzuführrohres (9) vom Gefäßinnenraum (7) abführenden, mit einem Absperrhahn (12) versehenen Abzugstutzen (11); durch einen vom unteren Bereich des Gefäßinnenraumes (7) abführenden, mit einem Absperrhahn (16) versehenen Ablaufstutzen (15); wobei der untere Bereich des Gefäßinnenraumes (7) zur Aufnahme eines ein Absorptionsmittel (21) aufweisenden Filterbettes (19) gestaltet ist.
2. Destillationskühler nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Brüdenzuführrohr (9) mittels eines Dichtsitzes (8) herausnehmbar angeordnet ist.
3. Destillationskühler nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Filterbett (19) aus mit einem Absorptionsmittel (21) ummantelten Füllkörpern (21) besteht.
4. Destillationskühler nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Absorptionsmittel (21) aus Ethanol-Amin besteht.
5. Destillationskühler nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Absorptionsmittel (21) aus Phosphorsäure besteht.
6. Destillationskühler nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß dem Abzugstutzen (11) ein Aktivkohle enthaltendes Absorptionsfilter (14) nachgeordnet ist.
7. Verwendung des Destillationskühlers gemäß Ansprüchen 1 bis 6 bei der Abdestillation von Lösungsmitteln von radioaktiven Substanzen zum Kondensieren dieser Lösungsmittel.

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf einen Destillationskühler für Labor und Technikum zum Kondensieren gefährliche Schadstoffe enthaltender Flüssigkeiten, insbesondere Lösungsmittel und Verwendung des Destillationskühlers bei der Abdestillation von Lösungsmitteln radioaktiver Substanzen.

Gefährliche Flüssigkeiten bzw. Dämpfe stellen eine Umweltbelastung dar, wenn sie ins Freie gelangen. Man ist deshalb bestrebt, daß bei der Kondensation unvermeidlich abziehende Restdämpfe möglichst keine schädlichen Anteile mehr enthalten. Dies gilt insbesondere, wenn man radioaktive Substanzen durch Destillieren von Lösungsmitteln befreien muß. Fast alle organischen Substanzen besitzen einen eigenen Dampfdruck, sodaß beim Abdestillieren Spuren radioaktiver Substanzen mit dem Lösungsmittel in den Kühler übergehen, eine Kontamination der verwendeten Geräte verursachen und diese Restdämpfe über den Abzug bzw. über das Abwasser einer Wasserstrahlpumpe ins Freie gelangen.

Bisher mußte man für solche Arbeiten einen Rotationsverdampfer oder andere Destillationsapparate verwenden, wobei das Destillat ungekühlt bleibt und verdampfen kann. Zur Dekontamination mußte er erforderlichenfalls demontiert und alle Dichtungen ausgetauscht werden.

Es besteht die Aufgabe, einen Destillationskühler zu schaffen, um damit zum einen die Verschmutzung, insbesondere Kontamination mit radioaktiven Substanzen auf wenige Geräte bzw. Geräteteile zu beschränken und zum anderen dem Destillat diese Verunreinigungen zu entziehen und zu vermeiden, daß Reste der schädlichen Stoffe ins Freie gelangen.

- 10 Diese Aufgabe wird gelöst durch ein stehendes, längliches, doppelwandiges Gefäß, wobei die Doppelwandung einen mit Zulauf und Ablauf versehenen Kühlraum einschließt; durch ein in den oberen Bereich des Gefäßinnenraumes hineinragendes Brüdenzuführrohr; einen oberhalb der Mündung des Brüdenzuführrohres vom Gefäßinnenraum abführenden, mit einem Absperrhahn versehenen Abzugstutzen; durch einen vom unteren Bereich des Gefäßinnenraumes abführenden, mit einem Absperrhahn versehenen Ablaufstutzen; wobei der untere Bereich des Gefäßinnenraumes zur Aufnahme eines ein Absorptionsmittel aufweisenden Filterbettes gestaltet ist.

Dabei gelangen die Brüden von einem Destillierkolben über eine Zuleitung in das Brüdenzuführrohr und schlagen sich im Gefäßinneren dank der Kühlung nieder. Als Kühlmittel eignet sich Wasser. Ist eine höhere Kühlwirkung erforderlich, verwendet man beispielsweise ein Kältemittel wie Isopropanol-Trockeneis, welches bis etwa minus 70°C kühlt; und zwar pumpt man das Kühlmittel mittels einer Pumpe im Kreislauf um. Der Abzugstutzen kann an Atmosphärendruck liegen; es kann aber auch Vakuum angelegt sein. Im Filterbett sammelt sich das Destillat bzw. es durchströmt das Filterbett und gibt dabei die Schadstoffe an das Absorptionsmittel ab. Es versteht sich, daß die Wahl des Absorptionsmittels auf die zu erwartenden Schadstoffe abgestimmt sein muß. Das anfallende Destillat kann durch Öffnen des Absperrhahnes im Ablaufstutzen und ggf. Schließen des Absperrhahnes im Abzugstutzen ablaufen gelassen werden.

Der Destillationskühler besteht, wie bei Labor- und Technikumsgeräten dieser Art üblich, vorzugsweise aus Glas oder einem geeigneten Kunststoff. Das in den Gefäßinnenraum hineinreichende Brüdenzuführrohr kann in der Gefäßwandung fast eingeschmolzen sein.

Vorzugsweise jedoch ist das Brüdenrohr mittels eines Dichtsitzes herausnehmbar angeordnet.

Auf diese Weise läßt sich das Gefäßinnere erforderlichenfalls besser reinigen. Auch der Austausch des Filterbettes wird durch die größere Öffnung vereinfacht.

Das Filterbett besteht vorzugsweise aus mit einem Absorptionsmittel ummantelten Füllkörpern.

Es versteht sich, daß die ummantelten Füllkörper, z.B. Raschigringe oder Tongranulat, so klein sein sollten, daß sie durch irgendeinen Anschlußstutzen ein- und ausführbar sind. Dabei ist auch Vorsorge zu treffen, daß die Füllkörper nicht bis in den Absperrhahn des Ablaufstutzens gelangen können. Um dies zu vermeiden, bringt man vor der Ausmündung des Ablaufstutzens vorzugsweise ein Sieb, eine perforierte Platte oder Verstrebungen an, wobei die verbleibenden Durchlässe kleiner als die Füllkörper sind.

Als Absorptionsmaterial eignet sich insbesondere zum Binden radioaktiver Stoffe Ethanol-Amin, Phosphorsäure oder konzentrierte Natronlauge.

Vorzugsweise ist dem Abzugstutzen ein Aktivkohle enthaltendes Absorptionsfilter nachgeordnet.

Dieses ist vorzugsweise als Patrone ausgebildet. Das

Filter stellt sicher, daß auch keine Schadstoffe über den Abzugstutzen ins Freie gelangen können.

Von besonderem Vorteil ist die Verwendung des zuvor beschriebenen neuen Destillationskühlers bei der Abdestillation von Lösungsmitteln radioaktiver Substanzen zum Kondensieren dieser Lösungsmittel.

Der besondere Vorteil liegt darin, daß überdestillierte radioaktive Spurenstoffe im Filterbett und ggf. in der Filterpatrone absorbiert werden.

In der Zeichnung ist der neue Destillationskühler in einem Ausführungsbeispiel rein schematisch dargestellt und nachstehend näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 den Destillationskühler in der Seitenansicht und

Fig. 2 einen mit Absorptionsmittel ummantelten Füllkörper in vergrößertem Maßstab im Schnitt.

Der Destillationskühler besteht aus einem Gefäß 1 mit einer Doppelwandung 2, 3, zwischen welcher ein Kühlraum 4 eingeschlossen ist. Über einen Zulauf 5 und einen Ablauf 6 wird flüssiges Kühlmittel über einen nicht dargestellten Kreislauf umgepumpt. In den oberen Bereich des Gefäßinnenraumes 7 ragt ein in einem im Gefäß 1 angeordneten Dichtsitz 8 gelagertes Brändenzufuhrrohr 9 hinein. Oberhalb der Mündung 10 des Brändenzufuhrrohres 9 führt aus dem Gefäßinnenraum 7 ein Abzugstutzen 11 ab. Er ist mit einem Absperrhahn 12 ausgestattet. Über ein Verbindungsrohr 13 ist an den Abzugstutzen 11 ein Aktivkohle enthaltendes Absorptionsfilter 14 angeschlossen. Von dort führt eine nicht dargestellte Ableitung schließlich ins Freie. Am Boden des Gefäßes 1 ist ein Ablaufstutzen 15 angeordnet. Er ist mit einem Absperrhahn 16 versehen. Die Ausmündung 17 des Ablaufstutzens 15 weist eine eingeschmolzene perforierte Platte 18 auf, über welcher ein Filterbett 19 gelagert ist. Dieses besteht aus Füllkörpern 20 (Raschigringen), welche mit einer Hülle aus Ethanol-Amin als Absorptionsmittel 21 umgeben sind.

40

45

50

55

60

65

3614556

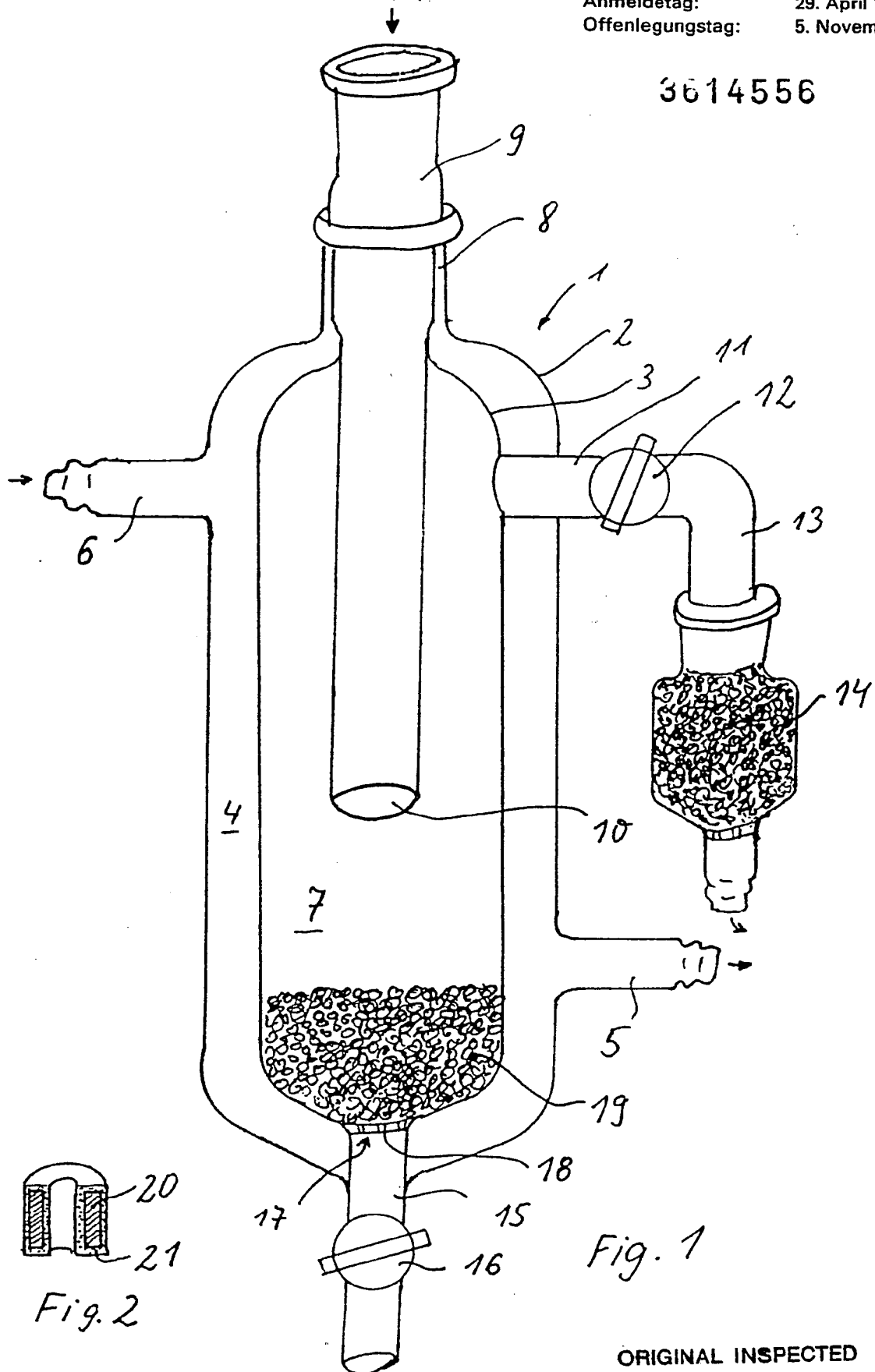


Fig. 1

Fig. 2

ORIGINAL INSPECTED